

PCT/JP 2004/008351

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

16. 6. 2004

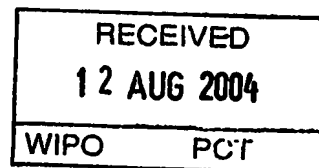
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日      2 0 0 3 年   7 月   1 日  
Date of Application:

出 願 番 号      特 願 2 0 0 3 - 1 8 9 4 5 7  
Application Number:  
[ST. 10/C]:      [ J P 2 0 0 3 - 1 8 9 4 5 7 ]

出 願 人      独立行政法人 科学技術振興機構  
Applicant(s):

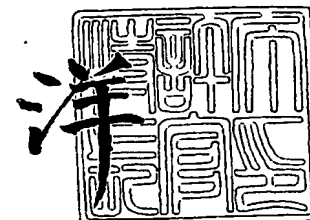


**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年   7 月 3 0 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



出証番号   出証特 2 0 0 4 - 3 0 6 7 5 0 1

【書類名】 特許願

【整理番号】 03JST42

【提出日】 平成15年 7月 1日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01L 21/00

【発明者】

    【住所又は居所】 静岡県浜松市富塚町 278-1 Parkwood K  
                            I-1A

    【氏名】 角谷 正友

【発明者】

    【住所又は居所】 静岡県浜松市佐鳴台 3-40-8

    【氏名】 福家 俊郎

【発明者】

    【住所又は居所】 静岡県浜松市志都呂町 1869-1

    【氏名】 高部 本規

【特許出願人】

    【識別番号】 396020800

    【氏名又は名称】 科学技術振興事業団

    【代表者】 沖村 憲樹

【代理人】

    【識別番号】 100089635

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 清水 守

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 012128

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0013088

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 基板上への窒化物薄膜の成長方法及び窒化物薄膜装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基板上へ窒化物薄膜を成長させる場合に、溶液を用いる低温プロセスにより窒化物薄膜の極性方向を制御することを特徴とする基板上への窒化物薄膜の成長方法。

【請求項 2】 請求項 1 記載の基板上への窒化物薄膜の成長方法において、前記基板がサファイア基板であり、前記低温プロセスとして  $H_2$  クリーニングを行ったサファイア基板を酸性溶液で処理することを特徴とする基板上への窒化物薄膜の成長方法。

【請求項 3】 請求項 2 記載の基板上への窒化物薄膜の成長方法において、前記酸性溶液が硝酸であることを特徴とする基板上への窒化物薄膜の成長方法。

【請求項 4】 請求項 1 記載の基板上への窒化物薄膜の成長方法において、前記基板を  $H_2$  クリーニングした後マスクを形成して溶液処理することで、窒化物薄膜にパターンニングされた極性方向が異なる領域を形成することを特徴とする基板上への窒化物薄膜の成長方法。

【請求項 5】 請求項 1 記載の基板上への窒化物薄膜の成長方法を用いて得られる窒化物薄膜装置。

【請求項 6】 請求項 5 記載の窒化物薄膜装置が、 $c$  面サファイア ( $Al_2O_3$ ) 基板上に  $+c$  面で成長する  $Ga$  面と、 $-c$  面で成長する  $N$  面とを有する装置であることを特徴とする窒化物薄膜装置。

【請求項 7】 請求項 5 記載の窒化物薄膜装置が、素子が分離された装置や表面が周期的にパターン化された装置であることを特徴とする窒化物薄膜装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、窒化物薄膜の内部電界を制御する方法及びその窒化物薄膜装置に関するものである。

【0002】

**【従来の技術】**

従来は、基板上への窒化物薄膜の成長において、窒化物薄膜の内部電界を制御するには、1000度以上の温度で制御する方法が主体であった。

**【0003】****【発明が解決しようとする課題】**

しかしながら、上記した従来の方法では、1000度以上の高い温度を加えることになり、それまでに行った基板表面処理の効果を打ち消してしまうため、任意のマスクパターンで窒化物薄膜の極性を制御することは困難であった。

**【0004】**

本発明は、上記状況に鑑み、低温プロセスで窒化物薄膜の極性方向を制御することができる基板上への窒化物薄膜の成長方法及び窒化物薄膜装置を提供することを目的とする。

**【0005】****【課題を解決するための手段】**

本発明は、上記目的を達成するために、

〔1〕基板上への窒化物薄膜の成長方法において、基板上へ窒化物薄膜を成長させる場合に、溶液を用いる低温プロセスにより窒化物薄膜の極性方向を制御することを特徴とする。

**【0006】**

〔2〕上記〔1〕記載の基板上への窒化物薄膜の成長方法において、前記基板がサファイア基板であり、前記低温プロセスとしてH<sub>2</sub> クリーニングを行ったサファイア基板を酸性溶液で処理することを特徴とする。

**【0007】**

〔3〕上記〔2〕記載の基板上への窒化物薄膜の成長方法において、前記酸性溶液が硝酸であることを特徴とする。

**【0008】**

〔4〕上記〔1〕記載の基板上への窒化物薄膜の成長方法において、前記基板をH<sub>2</sub> クリーニングした後マスクを形成して溶液処理することで、窒化物薄膜にパターニングされた極性方向が異なる領域を形成することを特徴とする。

## 【0009】

〔5〕窒化物薄膜装置であって、上記〔1〕記載の基板上への窒化物薄膜の成長方法を用いて得られる。

## 【0010】

〔6〕上記〔5〕記載の窒化物薄膜装置が、c面サファイア ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 基板上に+c面で成長するGa面と、-c面で成長するN面とを有することを特徴とする。

## 【0011】

〔7〕上記〔5〕記載の窒化物薄膜装置が、素子が分離された装置や表面が周期的にパターン化された装置であることを特徴とする。

## 【0012】

## 【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について詳細に説明する。

## 【0013】

図1は本発明の実施例を示すGa<sub>2</sub>N極性構造の模式図、図2はその各部の極性を示す平面図（観察平面）である。

## 【0014】

図1において、1はc面サファイア ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 基板、2はそのサファイア基板1上で+c面に成長するGa面、3はそのサファイア基板1上で-c面に成長するN面である。Ga面2はサファイア基板1の $\text{H}_2$  クリーニングを行い、また、N面3はサファイア基板1の $\text{H}_2$  クリーニングと窒化を行うことにより得られる。なお、N面3はアルカリ溶液でエッチングが可能である。

## 【0015】

このように、1つのサファイア基板上に両極性のGa<sub>2</sub>N薄膜を成長させることができる。

## 【0016】

かかる両極性のGa<sub>2</sub>N薄膜を成長させるためには、サファイア ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) (0001) 基板を $\text{H}_2$  クリーニング処理した上で、部分的に硝酸処理を行うために、フォトリソストを用いてその基板上に任意のマスクを形成する。このよう

な基板を硝酸溶液に浸漬する。

#### 【0017】

因みに、本発明のサファイア基板の $H_2$  クリーニング処理を行った上での硝酸溶液処理の条件としては、硝酸 ( $HNO_3$ ) 濃度が6-63%、温度が40℃、時間が0-10min (分) であり、従来の高温窒化処理の条件 (比較例) としては、 $NH_3$  の割合 (分圧) が50%、温度が750-1100℃、時間が5min (分) である。

#### 【0018】

図3は硝酸処理によるN面成長においてサファイア基板の $H_2$  クリーニングの有無の違いを示す図であり、図3 (a) はかかる $H_2$  クリーニングを行った場合 (本発明の場合) を示す図、図3 (b) はかかる $H_2$  クリーニングを行わなかった場合 (比較例) を示す図である。

#### 【0019】

因みに、評価方法としては、界面や基板表面の観察には、XPS (X-ray photoelectron spectroscopy)、AFM (原子間力顕微鏡)、RHEED (Reflectance high energy electron diffraction) を用いる。また、バッファ層の熱処理による変化は、XRD (X-ray diffractometry) 強度、AFM (原子間力顕微鏡) により観察する。更に、成長層の様子は、XRD (X-ray diffractometry) 強度、XRC半値全幅により確認することができる。

#### 【0020】

図3 (a) に示すように $H_2$  クリーニングを行った場合には、窒化物薄膜の表面はN面極性特有の六角形のファセットが多数観察されるが、図3 (b) に示すように $H_2$  クリーニングを行わなかった場合には、薄膜成長が不十分でその表面は非常に荒れていることが分かる。

#### 【0021】

図4は硝酸処理後の基板表面元素比を比較する図であり、図4 (a) は従来の高温窒化処理温度に対する基板表面元素比を示し、横軸は窒化温度 (℃)、縦軸

は原子濃度 (atomic concentration) (%)、図 4 (b) は本発明の硝酸処理時間に対する基板表面元素比を示す図であり、横軸は硝酸処理時間 (分)、縦軸は原子濃度 (%) をそれぞれ示している。なお、図中、○は酸素、△は Al、□は N (窒素) を示している。

#### 【0022】

図 4 (a) に示す高温窒化処理の場合、処理温度が高くなるにしたがって、サファイア基板表面の酸素濃度の割合が減少し、その代わりに窒素濃度の割合が増加している。これは、高温窒化処理によりサファイア基板表面に窒素原子が吸着して取り込まれ、基板表面の元素比が変化してしまっていることを示す。

#### 【0023】

一方、図 4 (b) に示す硝酸処理の場合、処理時間が長くなっても窒素原子の吸着は観察されず、 $H_2$  クリーニング処理後のサファイア基板表面の元素比を維持していることが分かる。

#### 【0024】

図 5 は基板表面を比較する図であり、図 5 (a) は基板の処理前の状態、図 5 (b) は、本発明の硝酸による処理を 10 秒間行った後の状態、図 5 (c) は硝酸処理を 10 分間行った後の状態、図 5 (d) は従来的高温窒化処理を 5 分間行った後の状態をそれぞれ示す図である。

#### 【0025】

図面上白く見えるのが、基板の  $[1-100]$  と  $[11-20]$  方向から電子線を入射したときの RHEED パターンである。従来的高温窒化処理後 AlN が形成されていることを示す RHEED パターンが得られる (同じ入射方向に対してパターンが逆転) が、図 5 (a) と図 5 (c) の RHEED パターンを比較しても変化がないことから、硝酸処理によってサファイア基板表面に AlN が形成されていないことが分かる。

#### 【0026】

図 6 は本発明にかかるフォトレジストによるマスクを用いて部分的に硝酸処理したサファイア基板上に両極性の GaN が形成されていることを示す図である。

#### 【0027】

図 6 (a) から分かるように、G a 面領域 1 2、N 面領域 1 1、G a 面領域 1 3 を 1 つの基板上に同時に成長させることができる。

#### 【0028】

なお、図 6 (b) には、N 面領域 1 1 と G a 面領域 1 3 との境界部分の拡大図が示されており、フォトリソットによるマスクの通りにはっきりと境界領域が制御されていて、マスクの形状により任意の大きさで N 面領域 1 1 と G a 面領域 1 3 を成長できることが分かる。

#### 【0029】

また、本発明の基板上への窒化物薄膜の成長方法を用いて得られる窒化物薄膜装置は、その極性方向を任意に制御できるので、素子が分離された装置（デバイス）や表面が周期的にパターン化された基板（装置：デバイス）として構成することができる。

#### 【0030】

なお、本発明は上記実施例に限定されるものではなく、本発明の趣旨に基づいて種々の変形が可能であり、これらを本発明の範囲から排除するものではない。

#### 【0031】

##### 【発明の効果】

以上、詳細に説明したように、本発明によれば、低温プロセスで窒化物薄膜の極性方向を制御することができる基板上への窒化物薄膜の成長方法及び窒化物薄膜装置を提供することができる。

##### 【図面の簡単な説明】

##### 【図 1】

本発明の実施例を示す G a N 極性構造の模式図である。

##### 【図 2】

本発明の実施例を示す G a N 極性構造の各部の極性を示す平面図（観察平面）である。

##### 【図 3】

硝酸処理による N 面成長においてサファイア基板の H<sub>2</sub> クリーニングの有無の違いを示す図である。

## 【図 4】

硝酸処理後の表面元素比を比較する図である。

## 【図 5】

基板表面を比較する図である。

## 【図 6】

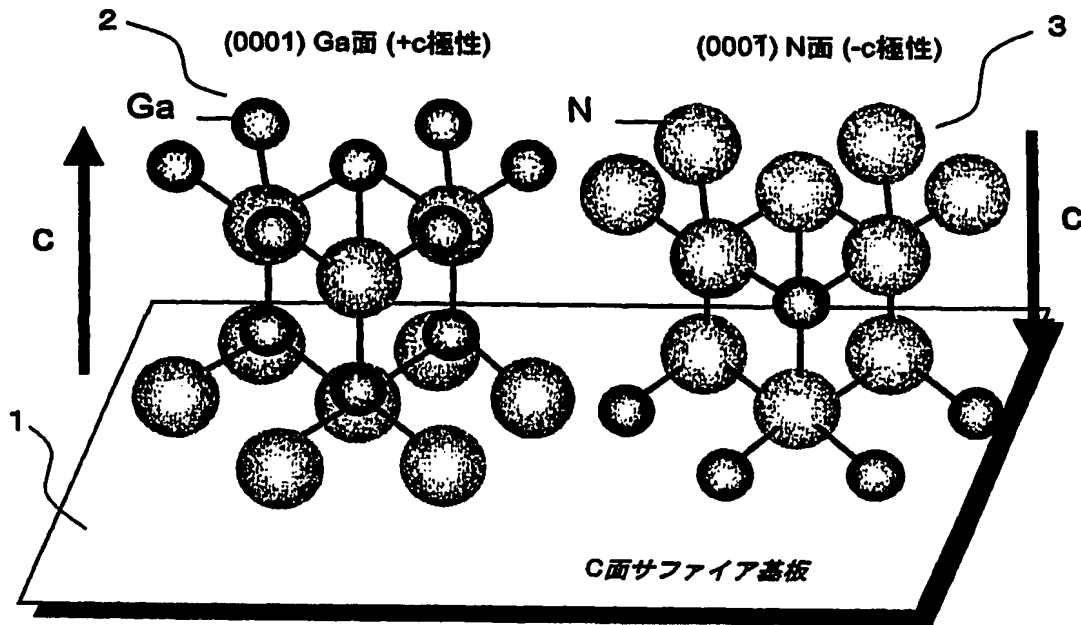
本発明にかかるフォトリソトによるマスクを用いて部分的に硝酸処理したサファイア基板上に両極性の GaN が形成されていることを示す図である。

## 【符号の説明】

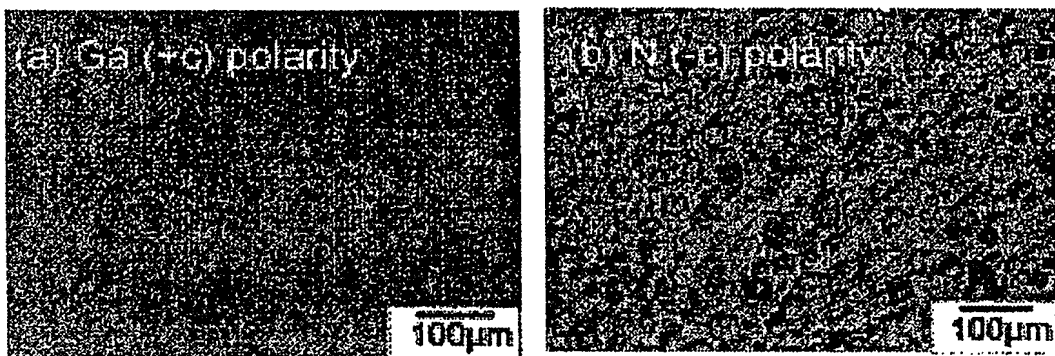
- 1      c 面サファイア ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 基板
- 2      サファイア基板上に + c 面で成長する Ga 面
- 3      サファイア基板上に - c 面で成長する N 面
- 11      N 面領域
- 12, 13      Ga 面領域

【書類名】 図面

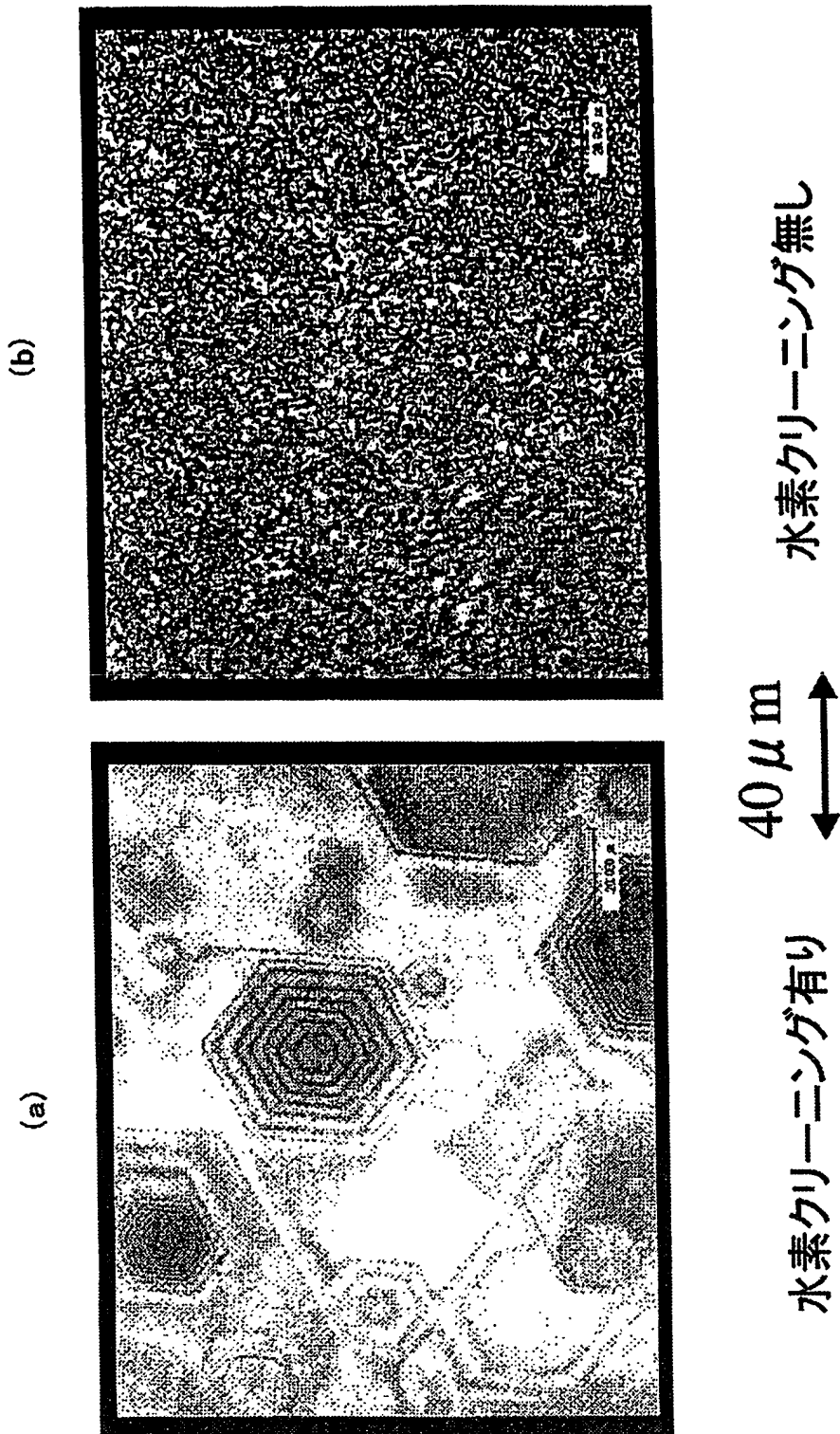
【図 1】



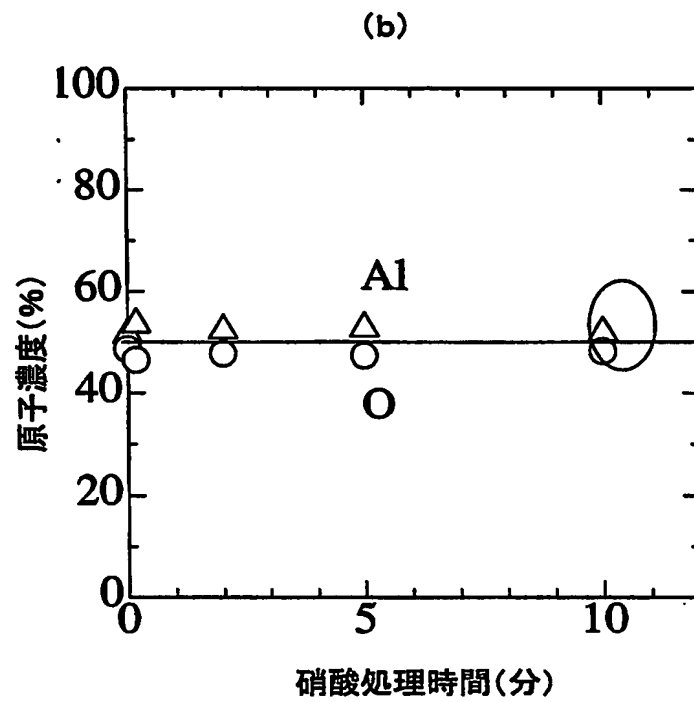
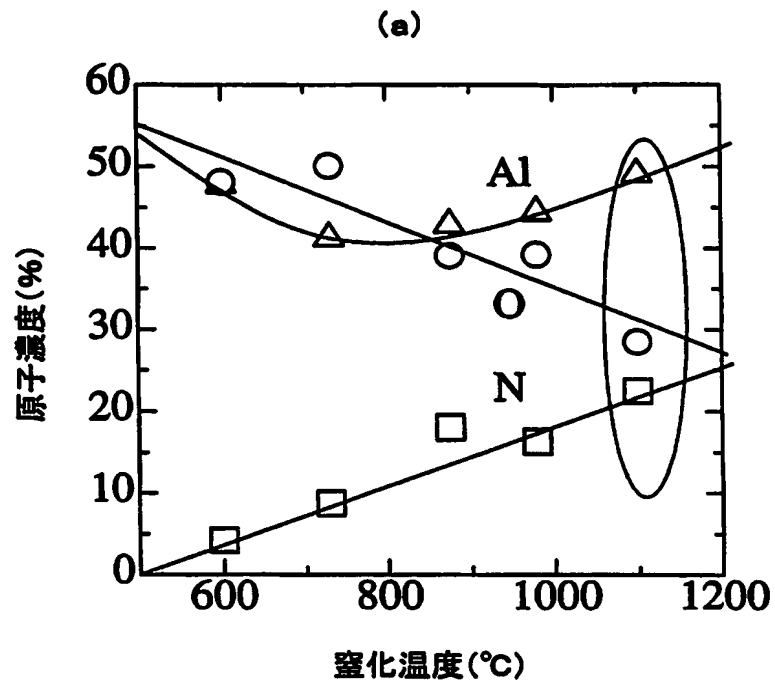
【図 2】



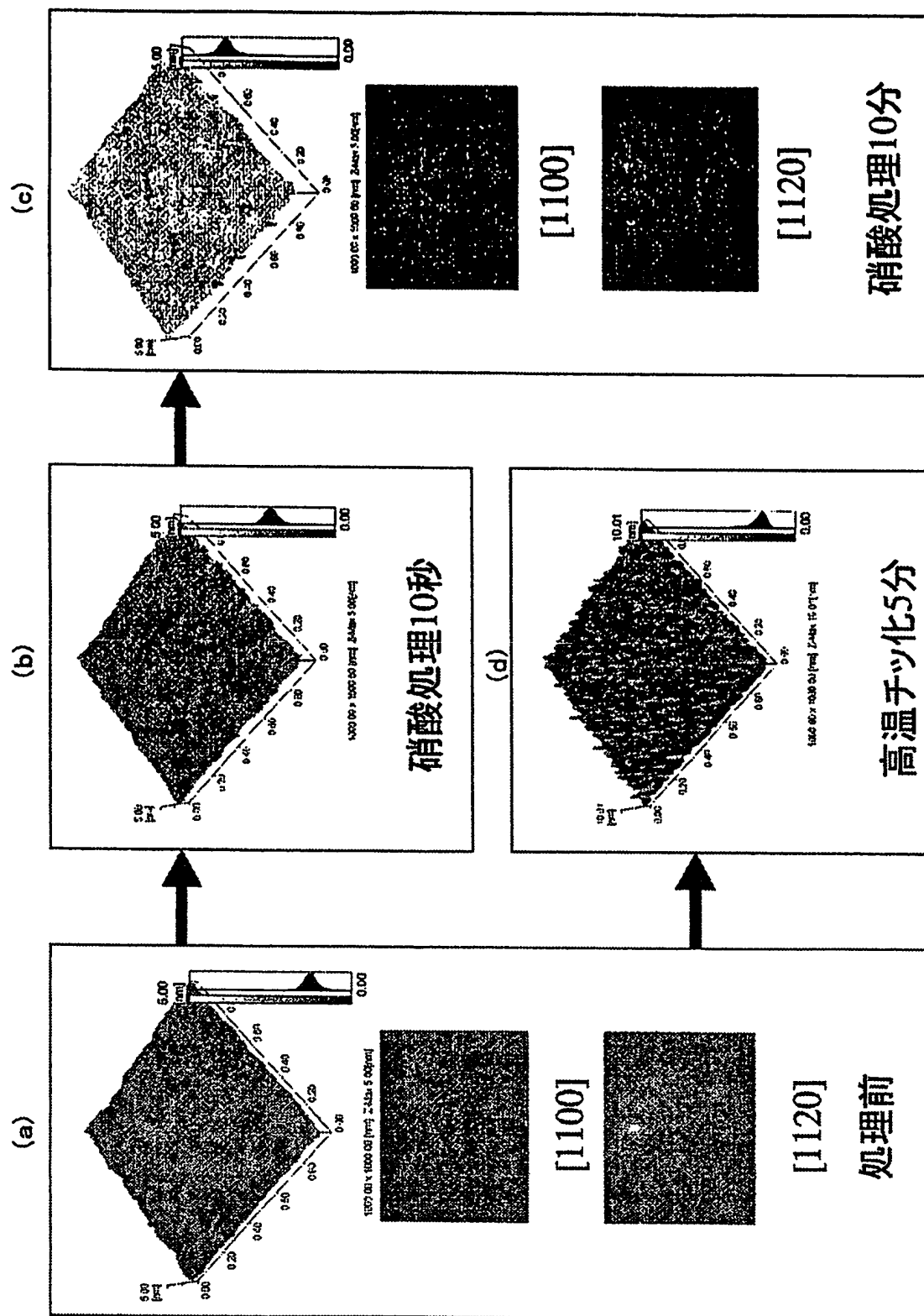
【図 3】



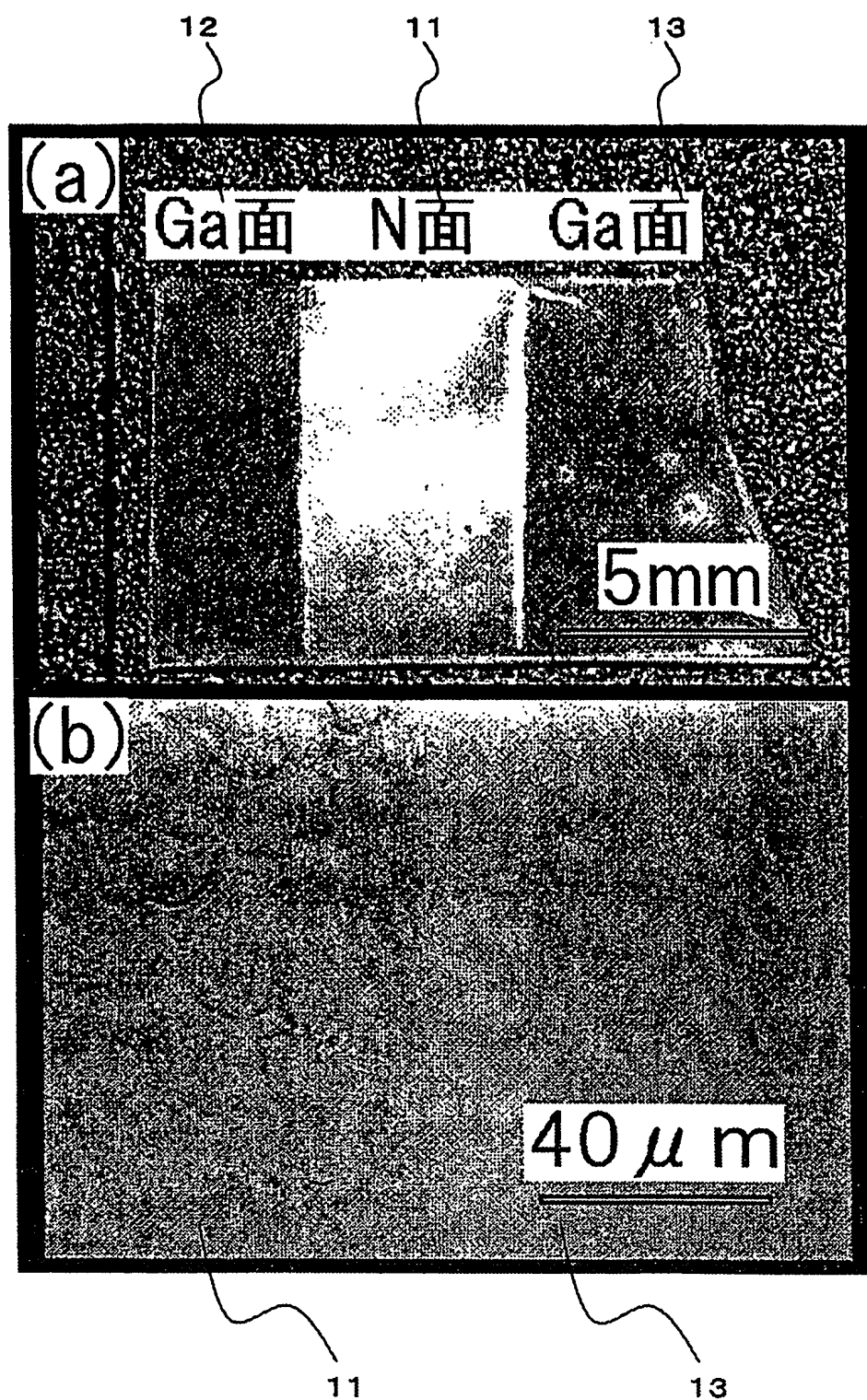
【図 4】



【図 5】



【図 6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 低温プロセスで窒化物薄膜の極性方向を制御することができる基板上への窒化物薄膜の成長方法及び窒化物薄膜装置を提供する。

【解決手段】 基板上への窒化物薄膜の成長方法において、c面サファイア（ $Al_2O_3$ ）基板1上に+c面で成長するGa面2と、c面サファイア（ $Al_2O_3$ ）基板上に-c面で成長するN面3とを形成する。

【選択図】 図1

【書類名】 出願人名義変更届 (一般承継)  
【提出日】 平成15年10月31日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【事件の表示】  
【出願番号】 特願2003-189457  
【承継人】  
【識別番号】 503360115  
【住所又は居所】 埼玉県川口市本町四丁目1番8号  
【氏名又は名称】 独立行政法人科学技術振興機構  
【代表者】 沖村 憲樹  
【連絡先】 〒102-8666 東京都千代田区四番町5-3 独立行政法人科学技術振興機構 知的財産戦略室 佐々木吉正 TEL 03-5214-8486 FAX 03-5214-8417  
【提出物件の目録】  
【物件名】 権利の承継を証明する書面 1  
【援用の表示】 平成15年10月31日付提出の特第許3469156号にかかる一般承継による移転登録申請書に添付のものを援用する。  
【物件名】 登記簿謄本 1  
【援用の表示】 平成15年10月31日付提出の特第許3469156号にかかる一般承継による移転登録申請書に添付のものを援用する。

特願 2003-189457

出願人履歴情報

識別番号 [396020800]

1. 変更年月日	1998年 2月24日
[変更理由]	名称変更
住 所	埼玉県川口市本町4丁目1番8号
氏 名	科学技術振興事業団

特願 2003-189457

出願人履歴情報

識別番号

[503360115]

1. 変更年月日

2003年10月 1日

[変更理由]

新規登録

住 所

埼玉県川口市本町4丁目1番8号

氏 名

独立行政法人 科学技術振興機構